

**VYSOKÉ UČENÍ
TECHNICKÉ V BRNĚ**

**Fakulta elektrotechniky
A komunikačních technologií**

Ústav elektrotechnologie

Bakalářská práce

bakalářský studijní obor
Mikroelektronika a technologie

Student: Jakub Veselý

ID: 119666

Ročník: 3

Akademický rok: 2011/2012

NÁZEV TÉMATU:

Porovnání mikroskopických diagnostických metod

POKYNY PRO VYPRACOVÁNÍ:

Seznamte se s diagnostickými metodami TEM, SEM a AFM. Uvedenými metodami proměřte vzorky materiálů. Výsledky vyhodnoťte. Popište výhody a nevýhody těchto metod.

DOPORUČENÁ LITERATURA:

Podle pokynů vedoucího práce

Termín zadání: 6.2.2012

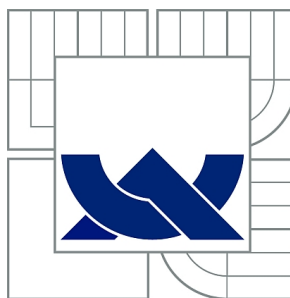
Termín odevzdání: 31.5.2012

Vedoucí práce: Ing. Pavel Čudek

doc. Ing. Jiří Háze, Ph.D.
Předseda oborové rady

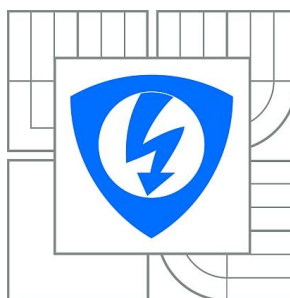
UPOZORNĚNÍ:

Autor bakalářské práce nesmí při vytváření bakalářské práce porušit autorská práva třetích osob, zejména nesmí zasahovat nedovoleným způsobem do cizích autorských práv osobnostních a musí si být plně vědom následků porušení ustanovení § 11 a následujících autorského zákona č. 121/2000 Sb., včetně možných trestněprávních důsledků vyplývajících z ustanovení části druhé, hlavy VI. díl 4 Trestního zákoníku č.40/2009 Sb.



VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY



FAKULTA ELEKTROTECHNIKY A KOMUNIKAČNÍCH
TECHNologiÍ

ÚSTAV ELEKTROTECHNOLOGIE

FACULTY OF ELECTRICAL ENGINEERING AND COMMUNICATION
DEPARTMENT OF ELECTRICAL AND ELECTRONIC
TECHNOLOGY

POROVNÁNÍ MIKROSKOPICKÝCH DIAGNOSTICKÝCH METOD

COMPARISON OF MICROSCOPIC DIAGNOSTIC METHODS

BAKALÁŘSKÁ PRÁCE

BACHELOR'S THESIS

AUTOR PRÁCE

AUTHOR

JAKUB VESELÝ

VEDOUCÍ PRÁCE

SUPERVISOR

Ing. PAVEL ČUDEK

BRNO 2011

Abstrakt

Tato práce se zabývá popisem a porovnáním diagnostických metod transmisní elektronové mikroskopie, rastrovací elektronové mikroskopie a mikroskopie atomárních sil. V úvodu práce je uveden popis jednotlivých diagnostických metod. Následuje experimentální část zabývající se diagnostikou vzorku feritické chromové oceli metodami rastrovací elektronové mikroskopie, mikroskopie atomárních sil, transmisní elektronové mikroskopie a vyhodnocením a interpretací naměřených výsledků. V závěru práce je uvedeno srovnání, výhody a nevýhody použitých diagnostických metod.

Abstract

This thesis deals with the description and comparison of diagnostic methods, transmission electron microscopy, scanning electron microscopy and atomic force microscopy. The introduction is a description of diagnostic methods. The following experimental section dealing with the diagnosis of ferritic chromium steel sample methods of scanning electron microscopy, atomic force microscopy, transmission electron microscopy and the evaluation and interpretation of measured results. The conclusion provides a comparison, the advantages and disadvantages of diagnostic methods.

Klíčová slova

Rastrovací elektronová mikroskopie, transmisní elektronová mikroskopie, mikroskopie atomárních sil, mikroskopie rastrující sondou, primární elektrony, sekundární elektrony, zpětně odražené elektrony, hrot, kontaktní režim, bezkontaktní režim.

Keywords

Scanning electron microscopy, transmission electron microscopy, atomic force microscopy, scanning probe microscopy, primary elektron, secondary elektron, backscattered electron, tip, contact mode, non-contact mode.

Bibliografická citace díla

VESELÝ, J. Porovnání mikroskopických diagnostických metod – bakalářská práce. Brno, 2012. 33 s. Vedoucí semestrální práce Ing. Pavel Čudek. FEKT VUT v Brně

Prohlášení autora o původnosti díla:

Prohlašuji, že jsem tuto vysokoškolskou kvalifikační práci vypracoval samostatně pod vedením vedoucího diplomové práce, s použitím odborné literatury a dalších informačních zdrojů, které jsou všechny citovány v práci a uvedeny v seznamu literatury. Jako autor uvedené diplomové práce dále prohlašuji, že v souvislosti s vytvořením této diplomové práce jsem neporušil autorská práva třetích osob, zejména jsem nezasáhl nedovoleným způsobem do cizích autorských práv osobnostních a jsem si plně vědom následků porušení.

V Brně dne 28.5.2012

Poděkování

Děkuji vedoucímu bakalářské práce Ing. Pavlu Čudkovi za metodické a cíleně orientované vedení při plnění úkolů realizovaných v návaznosti na bakalářskou práci. Také mu děkuji za zapůjčení literatury a poskytnutí informací vedoucích k získání dostatečné znalosti zkoumané problematiky. Dále děkuji panu RNDr. Josefovi Podbrdskému, CSc. za kontakt na RNDr. Milana Svobodu, CSc., který ochotně zapůjčil zkoumané vzorky. A v neposlední řadě děkuji všem kolegům v práci, kteří mi umožnili nebo pomohli s pořízením snímků vzorku.

Obsah

Abstrakt	3
Abstract	3
Klíčová slova.....	4
Keywords	4
Bibliografická citace díla	5
Prohlášení autora o původnosti díla:	6
Poděkování.....	7
1 Úvod.....	13
2 Mikroskopie atomárních sil.....	14
2.1 Úvod do mikroskopie rastrující sondou.....	14
2.2 Mikroskop atomárních sil	14
2.3 Konstrukce a vlastnosti AFM	14
2.4 Režimy snímání povrchu	15
2.5 Detekce ohybu nosníku	17
2.6 Hroty a nosníky pro AFM	17
3 Rastrovací elektronová mikroskopie	18
3.1 Úvod do rastrovací elektronové mikroskopie.....	18
3.2 Konstrukce SEM.....	18
3.2.1 Elektronová tryska.....	18
3.2.2 Elektromagnetické čočky	20
3.2.3 Detekce signálu	22
4 Transmisní elektronová mikroskopie	23
4.1 Úvod a stručný popis TEM.....	23
4.2 Konstrukce TEM	23
4.2.1 Elektronová tryska.....	23
4.2.2 Kondenzorový systém	24
4.2.3 Stolek vzorku.....	24
4.2.4 Projekční systém	25
4.2.5 Projekční komora	26
4.3 STEM.....	26
5 Experimentální část	27
5.1 Diagnostika vzorku metodou mikroskopie atomárních sil	27
5.2 Diagnostika vzorku metodou rastrovací elektronové mikroskopie	28
5.3 Diagnostika vzorku metodou transmisní elektronové mikroskopie	30
5.3.1 Metoda TEM	30

5.3.2	Metoda STEM	30
6	Závěr.....	32
	Literatura	33

Seznam obrázků

Obr. 1: schématický obrázek SEM.....	18
Obr. 2: tryska s přímo žhavenou katodou	19
Obr. 3: autoemisní tryska	20
Obr. 4: řez elektromagnetickou čočkou	20
Obr. 5: průchod svazku čočkou.....	21
Obr. 6: systém čoček	21
Obr. 7: schématický obrázek TEM	23
Obr. 8: schématický obrázek kondenzorového systému	24
Obr. 9: schématický obrázek projekčního systému.....	25
Obr. 14: 3D model povrchu vzorku v nm metodou AFM při zvětšení 700k	28
Obr. 15: ETD -SE metodou SEM při zvětšení 1k	29
Obr. 16: TLD -SE metodou SEM při zvětšení 1k	29
Obr. 17: vnitřní struktura materiálu metodou TEM při zvětšení 180k.....	31
Obr. 18: materiálový kontrast metodou STEM při zvětšení 160k	31

Seznam tabulek

Tab. 1: přesné složení vzorku FB9	27
---	----

Seznam příloh

- Příloha 1 - Snímky pořízené metodou AFM
- Příloha 2 - Snímky pořízené metodou SEM
- Příloha 3 - Snímky pořízené metodou TEM
- Příloha 4 - Snímky pořízené metodou STEM

1 Úvod

Mikroskopie je vědní obor zabývající se zkoumáním mikrostruktur lidským okem nepozorovatelných. Lidské oko má rozlišení přibližně 0,07 mm na vzdálenost 25 cm. [5]. Pro pozorování malých objektů můžeme využít lupu (čočku) nebo soustavu čoček označovanou optický mikroskop. Mikroskopii rozdělujeme na 3 základní skupiny. Optickou mikroskopii, rastrující a transmisní elektronovou mikroskopii a mikroskopii rastrující sondou (SPM).

V optickém mikroskopu je obraz zvětšován objektivem a okulárem. Hranice pro zvětšení optickým mikroskopem je jeho rozlišovací schopnost. Limitní rozlišení v optické mikroskopii je dáno polovinou vlnové délky světla, která je v rozmezí $\lambda = 400$ až 750 nm. Podle zvoleného zvětšovacího poměru mezi okulárem a objektivem můžeme dosáhnout maximálního rozlišení cca 250nm a maximálního zvětšení až 2000krát.

Elektronová mikroskopie se dělí na rastrovací elektronovou mikroskopii a transmisní elektronovou mikroskopii. Elektronový mikroskop se skládá z tubusu, kterým prochází namísto proudu fotonů, jak je tomu u optického mikroskopu, svazek elektronů, které jsou fokusovány namísto skleněných čoček čočkami elektromagnetickými (cívkami). U elektronových mikroskopů jsme kromě vlnové délky použitého zařízení (elektronový svazek) omezení vadami čoček.

SPM mikroskop může dle výbavy a použitých metod pracovat v různých režimech a rozlišujeme tedy mikroskopii atomárních sil (AFM), rastrovací tunelovou mikroskopii (STM) a rastrovací optickou mikroskopii blízkého pole (SNOM). Rozlišení AFM metody popsané v této práci je cca 2 nm a je ovlivněno především typem a průměrem špičky skenovacího hrotu.

2 Mikroskopie atomárních sil

2.1 Úvod do mikroskopie rastrující sondou

Mikroskopie rastrovací sondou využívá těsného přiblížení měřicí sondy ke vzorku. Metoda poskytuje trojrozměrný obraz povrchu zkoumaného materiálu s vysokým rozlišením. Sonda umístěna velmi blízko vzorku snižuje energetickou náročnost měření a tím i energetické namáhání vzorku. Nevýhodou velmi malé vzdálenosti sondy od vzorku je náročnost na mechanickou přesnost řízení pohybu, kdy může dojít k nežádoucímu kontaktu sondy se vzorkem. Tento jev lze však i využít k vytváření atomických nanostruktur na povrchu vzorku.

Použitím metody SPM lze dosáhnout rozlišení až desetin nm. Princip metody dává různé rozlišení v rovině horizontální a vertikální, protože první z nich je dán velikostí sondy a rozestupy jednotlivých bodů měření a druhé je dáno tvarem povrchu a mechanické stabilitě mikroskopu. Tyto metody dosahují až atomárního rozlišení.

SPM mikroskopy se skládají z těchto částí:

- **Skener** – pohybový člen vytvářející rastr měření a zároveň zajišťuje posuv vzorku nebo sondy
- **Sonda** – je tvořena nosnou částí (nosník) a ostrým hrotem (dle typu mikroskopu), zprostředkovává samotné měření
- **Detektor** – snímající měřenosnou veličinu (proud, posunutí). Může se jednat přímo o sondu nebo další aktivní prvek (laser)
- **Obvody zpětné vazby (PID)** – řídí elektroniku, záznamu a vizualizaci
- **Holder** – slouží k upevnění a manipulaci se vzorkem.
- **Optický systém pro orientaci na vzorku** [4]

2.2 Mikroskop atomárních sil

Mikroskopie atomárních sil (AFM) využívá meziatomové přitažlivosti (Van der Waalsových sil) působících mezi atomy hrotu sondy a atomy zkoumaného povrchu. Velmi ostrý hrot pohybující se nad vzorkem je přitahován nebo odpuzován. Hrot je umístěn na nosníku, který tvoří tenký pružný pásek. Nosník svým ohybem předává informaci o velikosti interakce dalším částem systému.

Síly působící na nosník mohou být různé, nejčastěji Van der Waalsovy síly (působí při větších vzdálenostech) a repulsivní síly plynoucí z Pauliho principu (vzdálenost menší než součet atomových poloměrů – v dotyku). Další síly působící mezi hrotem a vzorkem jsou síly adhezní, vazebné, třecí, deformační a kapilární. Při všech měřeních vždy tvoří jedna síla nosný signál a ostatní pak šum. [4]

2.3 Konstrukce a vlastnosti AFM

Přesnost AFM závisí na přesnosti snímání polohy hrotu a jeho ohnutí. Pro pohyb hrotu se používají převážně piezoelektrické skenery schopné pohybu o méně než desetinu nanometru. K přesnosti polohy přispívají pevné konstrukce AFM a antivibrační podložky nebo stoly. Ohnutí nosníku se detekuje nejčastěji laserem z laserové diody dopadající na nosník, ze kterého se odráží na fotodetektor. Ze zákona dopadu a odrazu vyplývá, že při jiném ohnutí nosníku dopadne paprsek na jiné místo fotodetektoru a tím určí polohu nosníku.

Vzorek je uchycen držákem (holderem). AFM nevyžaduje speciální přípravu vzorku (např. pokovení) ani vysoké vakuum a může pracovat i v kapalném prostředí. To je výhodné pro pozorování biologických vzorků, které mohou být ve svém přirozeném fyziologickém prostředí. Lze pozorovat například vliv změny okolí na daný vzorek. [4]

2.4 Režimy snímání povrchu

Kontaktní mód

Hrot je ke vzorku přiblížen na vzdálenost, při které jeho ohyb působí odpudivé síly (řádově 10^{-7} N). Síla působí na nosník směrem od povrchu vzorku. Pokud je tuhost nosníku menší než tuhost odpovídající atomům držícím pohromadě dojde k ohybu nosníku, v opačném případě poškození vzorku.

Metoda umožňuje až atomární rozlišení. Reálné rozlišení je omezeno velikostí periodicity krystalografické mřížky. Důvodem je rychlé rastrování hrotu po povrchu vzorku. Nosič se na periodicitách rozkmitá a jeden chybějící atom se vlivem setrvačnosti neprojeví. Málo strmý pokles nosníku se vzdáleností zvětší počet vzájemně se ovlivňujících atomů, jejichž signály jsou vůči sobě fázově posunuty. To znamená, že hrot s poloměrem velikosti několik nm je schopen rozlišit mřížku s periodou o řád menší.

Měření můžeme provádět ve třech režimech:

- **S konstantní výškou** při níž je udržována určená výška polohy základny nosníku a ohnutí nosníku nám vykresluje povrch vzorku. Nezkresleně jsou zde zobrazeny struktury s periodou (časovou, která je závislá na prostorové periodě rychlosti posuvu) menší než je rezonanční kmitočet nosníku. Přesnost závisí na kalibraci nosníku a stabilitě polohy.
- **S konstantní silou** se udržuje konstantní ohnutí nosníku a pohybuje se celý mechanismus sondy nebo vzorek ve směru osy z. Mezi hrotem sondy a vzorkem působí stále stejná síla. Režim zpětné vazby hlídá, aby se prohnutí nosníku rovnalo přednastavené hodnotě. Tím, že pohyb vzorku závisí na odezvě zpětné vazby, je tato metoda pomalejší. Pro vyšší časové frekvence vzniká chybový signál z důvodu pomalé zpětné vazby. Přesnost určuje kalibrace piezokeramického posuvu a vlastnosti zpětné vazby.
- **Kombinovaný režim** dorovnáva zpětnou vazbou pouze výšky s nízkou frekvencí (náklon povrchu vzorku) a z ohybu nosníku získává zbylou část signálu. Výhodou je rychlejší skenování než u metody s konstantní silou, ale větší rozsah než u konstantní výšky. Tato metoda je méně používaná.

Přiblížením hrotu do určité vzdálenosti od povrchu vzorku začne na hrot působit přitažlivá síla mírně ohýbající nosník. V určitém bodě gradient sil překročí mez tuhosti nosníku a hrot přiskočí až do oblasti odpudivých sil. Dalším přibližováním tato síla narůstá. Oddalováním nosníku odpudivé síly klesají až do bodu, kdy síly dosáhnou rovnosti tuhosti nosníku a hrot odskočí pryč. Body odskočení a přiskočení nesplývají a tím vzniká hystereze v oblasti kontaktu.

Hodnota signálu vychází z prohnutí nosníku, který může být ovlivněn i nežádoucími faktory. Při změně rychlosti pohybu může docházet k nežádoucímu ohybu, který bude vyhodnocen jako změna výšky. Tento artefakt vymizí při opětovném skenování pootočeném o 90° . Při opětovné skenování otočeném o 180° budou projevy artefaktu vzájemně inverzní.

Síly působící podél povrchu mohou nosník zkrucovat. Záleží na typu detekčního systému, jak bude deformace nosníku vyhodnocena. Obdobné artefakty mohou vznikat při najíždění hrotu na šikmou hranu struktury, která je kolmá k ose z ale šikmá k osám x a y.

Při pohybu nosníku v kapalném prostředí vzniká viskózní tření závislé na směru pohybu. To může způsobovat hysterezi, která se zvětšuje se zvětšujícími se kmity hrotu. Velikost závisí na viskozitě kapaliny. [4]

Bezkontaktní mód

Použití bezkontaktního režimu eliminuje možnosti poškození nebo kontaminace vzorku, ke kterým může docházet při použití kontaktního režimu. V bezkontaktním režimu se využívá van der Waalových sil delšího dosahu. Na pohybu hrotu se podílí velké množství atomů. Hrot se pohybuje ve vzdálenosti 1 až 10 nm od povrchu. V této oblasti jsou síly slabé (asi $10^{-12} N$). To vyžaduje použití pružného nosníku. Z toho důvodu se používá technika s kmitajícím nosníkem o určité frekvenci a to zvyšuje odstup signálu od šumu.

Nosník je rozkmitán na rezonanční kmitočet (100 až 400 kHz) s vhodně zvolenou amplitudou tak aby se nedotkl vzorku. Nosník by měl obsahovat pouze jednu rezonanční špičku.

Vstupem hrotu vybuzenému konstantní frekvencí kmitů do oblasti gradientu sil, dojde ke změně rezonance nosníku a snížení amplitudy kmitu. Zpětnou vazbou se mění výška nosníku tak, aby amplituda byla konstantní. Nesleduje se zde přímo síla působící na nosník, ale křivka konstantního gradientu sil. Lze také zpětnou vazbu vynechat a sledovat pokles amplitudy. [4]

Tapping mód

Tapping mód je hybridní kombinací dvou již uvedených metod. Tapping mód byl zaveden z důvodu optimalizace rozlišení a vlivu na vzorek. Nejlepší optimalizace je dosaženo ve výšce několika nm nad vzorkem, zde ale dochází k nestabilitě nosníku, z důvodu o něco málo nižší budící frekvence než je rezonanční frekvence hrotu. Problémy s nestabilitou nosníku jsou kompenzovány zvětšením amplitudy hrotu. Pro eliminaci poškození hrotu i vzorku probíhá rastrování hrotu nad vzorkem vždy na vrcholu amplitudy, tedy v nejvzdálenějším místě od povrchu vzorku. K nežádoucí kontaminaci vzorku však může docházet stále. Při optimalizovaném doteku hrotu a vzorku v mezičase mezi posunem hrotu lze dosáhnout vyššího rozlišení. Další výhodou bezdotykového režimu je, že hrot může reagovat i s povrchem kapky zkondenzované vody.

Nevýhodou tapping módu je hrot přecházející z přitažlivé do odpudivé síly a pohyb není zcela harmonický. Například při průchodu hrotu kapkou vody dochází k viskóznímu tlumení a ke ztrátě energie kmitů což vede ke snížení amplitudy a hrot se přestane dotýkat vzorku. Hrot získává energii z budícího zdroje v dalších kmitech a po určitém čase dosáhne opět své amplitudy, čímž vzniknou výškové artefakty. Tapping mód je rovněž nevhodný pro pozorování velmi měkkých vzorků, kdy může docházet při kontaktu hrotu se vzorkem k lokálním morfologickým změnám na povrchu a měření povrchových struktur tak není možné. [4]

2.5 Detekce ohybu nosníku

První SPM využívaly k detekci pohybu nosníku metodu STM (mezi vodivým hrotem a vodivým vzorkem protéká proud, který je pak vyhodnocován). Výhodou metody STM je vysoké dosažitelné rozlišení. Nevýhodou nákladnost snímače (nutnost dvou zpětných vazeb), malá odolnost proti otřesům a možné znečištění povrchu nosníku. Další možností detekce ohybu nosníku je snímání polohy nosníku kapacitním snímačem. Na mikroskopu je jedna elektroda, druhou tvoří pokovený nosník a celkově slouží jako kondenzátor.

Nejrozšířenější a nejjednodušší metodou detekce ohybu nosníku je snímání nosníku pomocí laseru a optočlenu vyhodnucujícího odražený paprsek laseru. Detektor je rozdělen do čtyř částí a podle dopadu laseru je vyhodnoceno na jakou stranu se nosník prohnul, popřípadě jestli se zkroutil. Pokročilejší metodou je použití pole detektorů. Laserový paprsek odražený od nosníku je čočkou rozložen a na jednotlivé detektory dopadá část záření o určitém výkonu, jenž je specifikován pohybem nosníku. Mezi další metody patří využití dvou svazků vzájemně kolmé polarizace dopadajících na různá místa nosníku. Ohybem nosníku dojde ke změně dráhy jednotlivých svazků, což se projeví změnou interference. Protože oba svazky projdou stejnou změnou je zde i minimální narušení optické dráhy a stability zdroje. Vzhledem k velkému průměru stopy svazků není tato metoda citlivá na nečistoty na povrchu nosníku. [4]

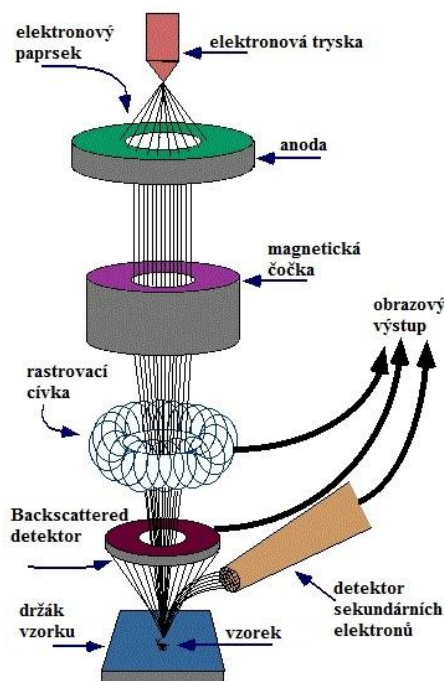
2.6 Hroty a nosníky pro AFM

U hrotů pro AFM jsou důležité parametry průměr hrotu a tuhost nosníku určující svým ohybem velikost interakční síly. Dobu měření a závažnost tepelných driftů lze ovlivnit snížením hmotnosti nosníku u kterého jsou kladeny požadavky na vysoký rezonanční kmitočet a malou setrvačnost. Při měření dochází ke zvýšení rezonanční frekvence, protože konec nosníku není volný. Odezva na náhlé změny je určována tuhostí a hmotností – závisí na původní rezonanční frekvenci. Snadná ohybatelnost je první předpoklad citlivosti nosníku na malé síly. Je ale limitována z důvodu hrozícího přilepení k povrchu vzorku. V dotykovém režimu na nosník působí i velké boční síly a mohlo by dojít k jeho zkroucení. Jako nejvýhodnější je profil nosníku ve tvaru V nebo X. Musí být co nejkratší, aby byla úhlová výchylka co největší. Nejnižším místem nosníku je hrot, jehož vlastnosti jsou přizpůsobeny použité metodě. Pružné nosníky se používají pro dotykové metody, tvrdé nosníky pro bezdotykové metody. Hrot ani nosník nemusí být vodivý, ale musí mít úpravu k detekci. Musí se od něj odrážet laserový paprsek, nebo musí být upraven jako deska kondenzátoru pokud jde o detektor kapacitní.

3 Rastrovací elektronová mikroskopie

3.1 Úvod do rastrovací elektronové mikroskopie

Rastrovací mikroskop tvoří tubus s elektromagnetickými cívkami a zdrojem elektronů umístěným nad komorou vzorku mikroskopu. Zdroj emituje elektrony dopadající skrz soustavu cívek na vzorek umístěný v komoře vzorku. Vysokonapětovým kabelem je na elektronovou trysku přivedeno vysoké záporné stejnosměrné napětí (až desítky kV), střídavé emisní (žhavicí) napětí a záporné předpětí pro fokusační elektrodu. Pod fokusační elektrodou odkud jsou emitovány katadou elektrony je uzemněná anoda. Průletem od katody k anodě získají elektrony dostatečnou energii určenou rozdílem potenciálů katody a anody. Cívky centruje elektronový svazek. Pólové nástavce kondenzoru, kde je rotačně symetrické magnetické pole, fokusují do prvního ohniska uprostřed tubusu. Finální čočkou je svazek fokusován do bodu na povrch vzorku. Další cívky rastrují svazkem po povrchu vzorku, čímž umožňují vychylování ve dvou kolmých směrech. Scintilátor a fotonásobič detekují sekundární elektrony.[6] [1]



Obr. 1: schématický obrázek SEM

3.2 Konstrukce SEM

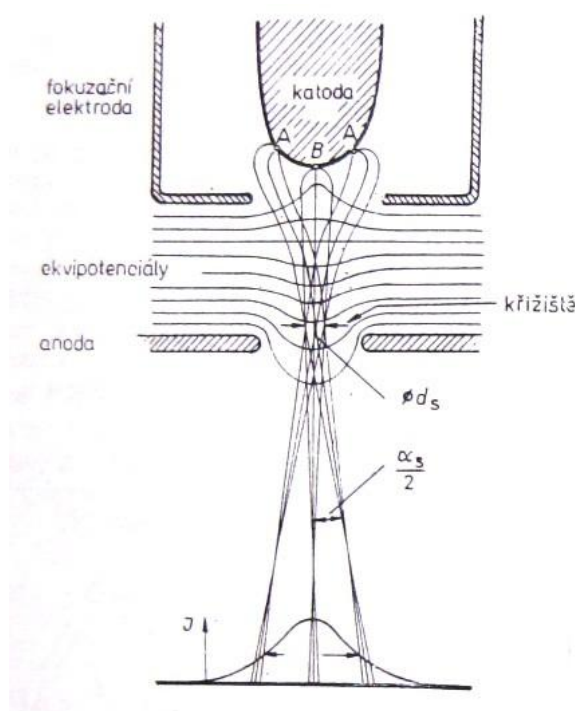
3.2.1 Elektronová tryska

Tryska s přímo žhavenou katodou (v triodovém provedení)

Žhavená katoda a fokusační elektroda (Wehneltův válec) jsou na vysokém záporném potenciálu (-5 až -50 kV) a anoda je uzemněna (obr. 2). Katoda je u běžných SEMů tvořena wolframovým vláknem ohnutým do tvaru V o průměru asi 100 μ m. Při vysoké teplotě hrotu

vlákna získají elektrony dostatečnou energii k tomu, aby překonaly energetickou bariéru a vystoupily z kovu. Pracovní teplota vlákna je asi 2700 K. Životnost vlákna je ovlivněna nastavenou hustotou emisního proudu a velikostí dosaženého vakua. Špička katody má velikost asi $100 \times 150 \mu\text{m}$ a celá je uložena ve Wehneltově válci. Je na něm oproti katodě záporný potenciál 0 až 500 V (obr. 3 3,15). Toto napětí vzniká průchodem emisního proudu odporem R_P , který je mezi vláknem a Wehneltovým válcem. Při určité teplotě se objeví tzv. dutý paprsek (kruh, který je vprostřed dutý – nedopadají sem žádné elektrony). Zvýšením teploty vlákna a tím i emisního proudu dojde k saturaci a z kruhu zmizí dutý střed. Další zvyšování žhavicího proudu už vede jenom ke snižování životnosti katody. Velikost předpětí Wehneltova válce má na emisní proud opačný vliv jako zvyšování teploty vlákna, protože zvýšením žhavicího proudu zvýšíme i záporný potenciál Wehneltova válce, který odsávání elektronů omezí. Stejný účinek má i zvětšení vzdálenosti hrotu vlákna od otvoru Wehneltova válce, protože katoda se dostane z oblasti ekvipotenciál urychlovacího pole anody, které proniká otvorem wehneltu. Vzdálenost hrotu katody a předpětí wehneltu katody musí být pro každou trysku přesně nastaveny. Zaostřením hrotu katody zvýšíme proudovou hustotu svazku (zúžíme svazek).

Směrovou proudovou hustotu trysky, velikost křížště a velikost emisního proudu lze ovlivnit tvarem elektrického pole. Tvar pole můžeme měnit změnou vzdálenosti hrotu katody od otvoru Wehneltova válce, změnou předpětí Wehneltova válce a změnou vzdálenosti anody od Wehneltova válce. [1]



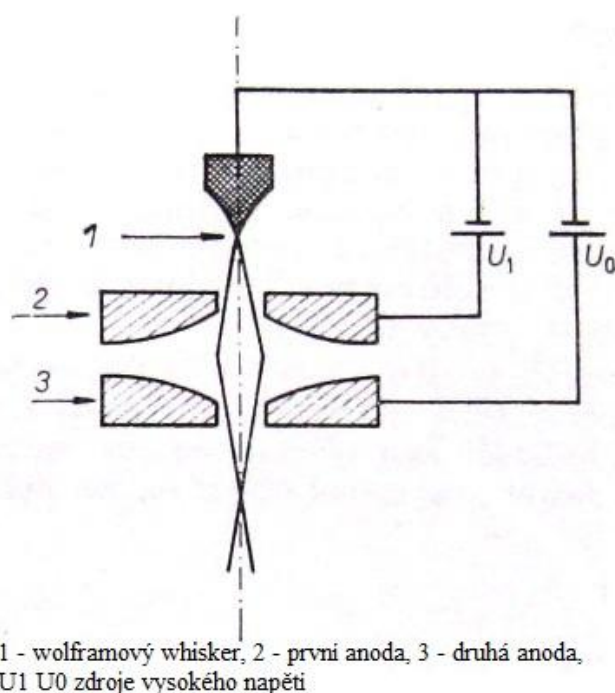
Obr. 2: tryska s přímo žhavenou katodou

Autoemisní tryska (FEG – field – emission gun)

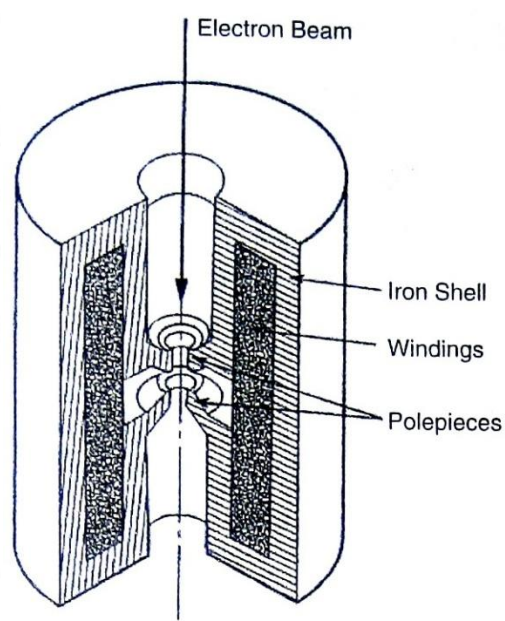
Autoemisní katody mají vysokou směrovou proudovou hustotu, protože skoro všechny elektrony opouštějící katodu mají stejnou rychlost. Autoemise znamená, že elektrony vystupují z kovu za studena nebo jen za ohřevu emisním proudem (vlivem silného elektrického pole elektrony překonají potenciálovou bariéru na rozhraní kovu a vakua).

Na první anodě je napětí asi 3000 V a ovládá emisní proud z wolframového whiskeru (malý tenký monokrystal wolframu zašpičatěný do hrotu). Druhá anoda na vyšším kladném potenciálu určuje konečnou energii elektronů. Pole mezi anodami funguje jako elektrostatická čočka a fokusuje svazek do skutečného obrazu vrcholu hrotu, který leží asi 3 až 5 cm za druhou anodou. Autoemisní tryskou lze vytvořit svazek elektronů tenčí než 10nm a to bez použití zmenšujících čoček.

Problém autoemisních trysek je požadavek vysokého vakua (až 10^{-9} Pa) u zdroje elektronů a nestálost emise primárních elektronů. Malá velikost zdroje elektronů a jeho omezený proud způsobuje, že při průměru svazku větším než 30nm je použití termoemisní trysky výhodnější. Při klasické analýze objemových vzorků je použití autoemisní trysky zbytečné. [1]



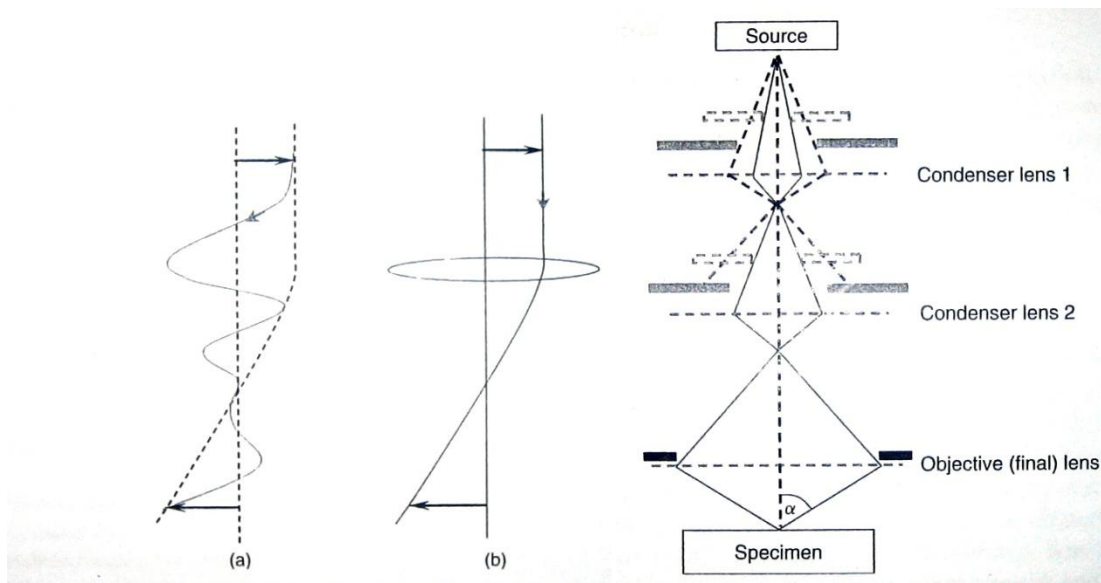
Obr. 3: autoemisní tryska



Obr. 4: řez elektromagnetickou čočkou

3.2.2 Elektromagnetické čočky

Elektromagnetické čočky se používají pro tvarování a fokusování elektronového paprsku. Elektromagnetická čočka se skládá z mnoha tisíc vinutí z měděného drátu uvnitř obalu z feromagnetika, který je z vnitřní strany přerušen (tvar písmene C). Přerušení se říká pólové nástavce.



Obr. 5: průchod svazku čočkou

Obr. 6: systém čoček

Když prochází elektrický proud vinutím, je generováno elektrické E a magnetické B pole. Síla působící na elektrony ve svazku je dána Lorentzovou rovnicí $F = e(\vec{E} + \vec{v} \otimes \vec{B})$ kde v je rychlost elektronového svazku. Při průchodu elektronů čočkou na ně působí radiální a obvodová síla a tak začnou kroužit ke středu čočky (k optické ose) čímž se paprsek fokusuje. Tohle je vidět na obrázku 5a. Všimněte si, že křivka kolem cesty elektronového paprsku se podobá cestě paprsku, kterou by za normálních okolností zobrazil světelný paprsek jak je vidět na obrázku 5b. Zvyšování proudu čočky zvětšuje intenzitu pole a tím pádem se křižoviště elektronového svazku přibližuje směrem k cílce. Stejně tak snižování intenzity oddaluje křižoviště od cílky. Svazek elektronů se zde chová stejně jako světelný paprsek v optické čočce. Obrázek 6.

Elektrony projdou nejdřív kondenzorovými čočkami (někdy dvěma, obvykle je dvojice cívek fungujících jako jedna), které snižují vzdálenost (zmenšují) křižoviště od zdroje elektronů. Kondenzorové čočky hrají stejně důležitou roli jako proud svazkem určující finální velikost paprsku (a tím i rozlišení). Zvýšení proudu v kondenzorových čočkách sníží velikost svazku. Clona v kondenzorových čočkách vymezuje úhel svazku, který může dále projít do objektivové čočky, kde může být také umístěna clona. Ta určuje finální šířku svazku. Změna proudu v objektivových cívkách nastavuje zaostřování a posunuje křižoviště nahoru a dolů v závislosti na výšce vzorku. Proto by se ohnisková rovina čoček měla shodovat s rovinou objektu k vytvoření ostrého obrazu. Vzdálenost mezi konci pólových nástavců a vzorkem je známá jako pracovní vzdálenost WD (working distance). [3]

Vady čoček

Elektromagnetické čočky, stejně jako optické, mohou mít vady, které ovlivňují fokusování paprsku. Tyto vady jsou rozhodující při určení maximálního rozlišení mikroskopu. V mnoha případech způsobují zafokusování elektronů v jiné rovině a výsledkem je jiná konečná velikost paprsku.

Sférická vada

Elektrony procházejí čočkou dál od optické osy jsou fokusovány mnohem dříve než elektrony procházející blíže optické osy. Pro potlačení sférické vady se používají čočky s krátkou ohniskovou vzdáleností a kondenzorové clony, které zamezí průchodu elektronům na okraj čočky. Další clona může být v objektivu. Clony ale také omezují proud svazku a mohou způsobovat vadu difrakce.

Chromatická vada

Chromatická vada se projevuje zejména při nízké energii paprsku. Elektrony jsou fokusovány ve více rovinách kvůli nehomogenitě rychlostí elektronů. Čím menší je rozptyl energií pohánějících elektrony tím méně se vada projevuje. Různé rychlosti elektronů může způsobit kolísání urychlovacího napětí, rozdílná rychlost elektronů opouštějících katodu nebo Boerschův jev (při průchodu elektronů křižiskem elektronové trysky vznikají náhodné coulombické interakce s ostatními elektrony). Účinek třetí možné příčiny lze snížit clonou u trysky, avšak je tam určitý minimální limit, kvůli omezení proudu svazkem a také kvůli efektu difrakce.

Difrakce

Elektrony procházející malým otvorem difraktuje. Místo vytvoření jednoho svazku elektronů vytvoří řadu kruhů se středem v jednom bodě s intenzitou podle Gaussova rozdělení na centrální maxima a minima.

Astigmatismus

Astigmatismus je způsoben nesymetrií v cívkách nebo špinavými otvory v clonkách. Existují dvě různé ohniskové vzdálenosti v kolmých směrech. Svazek nebude kulatý, ale elipsovitý a obraz se bude rozostřovat ve směru x-y. Lze to korigovat stigmátorem, které „zakulatí paprsek“ a tím zaostří obraz. [1] [3]

3.2.3 Detekce signálu

Komora vzorku je konstrukčně spojena s tubusem a je také evakuována. Kromě vzorku jsou v ní i všechny detektory (detektor sekundárních elektronů, detektor zpětně odražených elektronů, detektor charakteristického rentgenového záření, detektor absorbovaných elektronů atd.).

Pro detekci SE se běžně využívá Everhart-Thornley (E-T) scintilační detektor. Základem ET je scintilační monokrystal, na který je přivedeno urychlovací napětí až 10 kV. Po dopadu urychlených sekundárních elektronů na scintilátor dochází ve scintilátoru ke generování fotonů. Fotony jsou světlovodem přivedeny na katodu fotonásobiče, kde při jejich dopadu dochází k sekundární emisi a generování tzv. fotoelektronů. Fotoelektrony jsou urychlovány směrem k dynodám a dochází k jejich násobení. Po průchodu soustavou dynod dopadají fotoelektrony na anodu fotonásobiče a jsou převedeny na elektrický signál. Citlivost detektoru určuje fluorescenční účinnost scintilační látky a rychlost snímání určuje rychlost vyhasínání luminiscence. Elektrický impuls z detektoru dále zpracováváme na obraz. [1]

4 Transmisní elektronová mikroskopie.

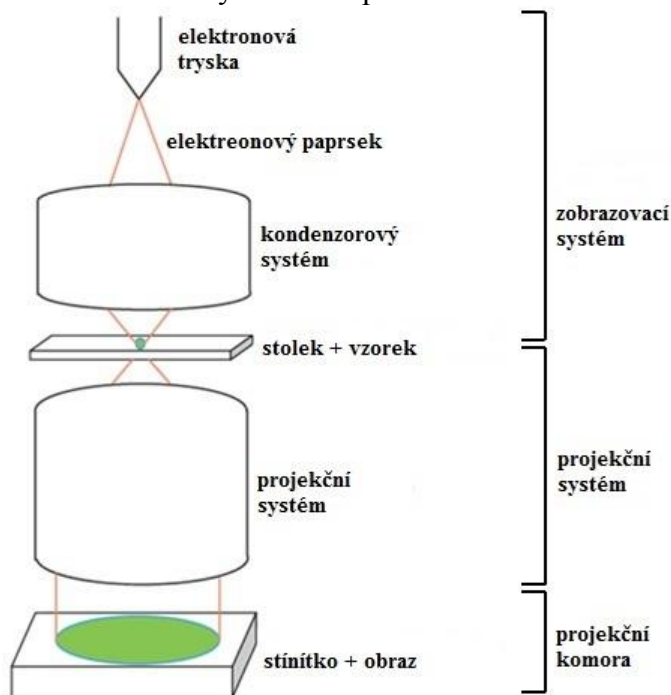
4.1 Úvod a stručný popis TEM

V transmisním elektronovém mikroskopu prochází tenký svazek elektronů emitovaných z katody kondenzorovým systémem kde je fokusován na vzorek a dále upravovány jeho parametry dle požadovaného režimu. Pod kondenzorem je umístěn stolek kde paprsek elektronů prochází vzorkem a získává o něm informaci. Ze stolku se vzorkem paprsek putuje do projekčního systému, kde se převádí obraz z kondenzorového systému, zvětšuje a promítá na stínítko, které je pokryto luminiscenční vrstvou, takže na něm dopadající elektrony svítélkují a tvoří tak výsledný obraz.

Obraz na stínítku může být snímán kamerou. Místo stínítka může být použito jiné zařízení pro zpracování signálu, např. detektor materiálového složení nebo kamera snímající přímo paprsek. [8]

4.2 Konstrukce TEM

Elektronový mikroskop se skládá ze tří hlavních částí. [7]



Obr. 7: schématický obrázek TEM

4.2.1 Elektronová tryska

Tryska funguje stejně jako u SEMů s tím rozdílem, že je připojená na vyšší záporný potenciál (až 300kV). Tryska ještě může mít mezi katodou a anodou dynody urychlující svazek, tomu pak říkáme akcelerator.

4.2.2 Kondenzorový systém

Tubus je pak tvořen kondenzorem, projekčním systémem a projekční komorou. Funkce cívek a clonek v kondenzoru jsou následující:

První kondenzorová clonka reguluje množství elektronů které, projdou první kondenzorovou čočkou C1.

C1 čočka kontroluje velikost a intenzitu paprsku.

C2 čočka fokusuje paprsek na vzorek regulováním intenzitou paprsku (zuzováním a rozšiřováním).

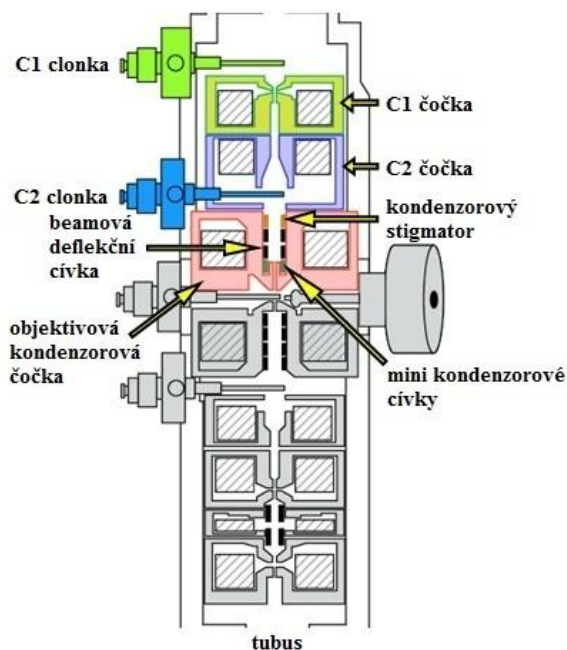
Druhá kondenzorová clonka vymezuje část paprsku která dopadne na vzorek.

Kondenzorový stigmátor opravuje astigmatismus (elipsovité tvar paprsku), který vznikl nedokonalostí kondenzorových cívek.

Beamové deflekční cívky směřují paprsek do správného směru, což umožňuje náklon nebo posuv paprsku a korekci mechanického vychýlení optického systému.

Mini kondenzorová čočka mění přibližování paprsku microprobe a nanoprobe.

Objektivová čočka vytváří malý bod na vzorku v režimu STEM, a v režimu TEM je kompenzací mini kondenzorové cívky umožňující paralelní prosvícení vzorku. [7]



Obr. 8: schématický obrázek kondenzorového systému

4.2.3 Stolek vzorku

Stolek vzorku je umístěn do oktagonu, kam je možné vložit další příslušenství. Vzorek drží holder a bývá přizpůsoben k náklonu. Celý stolek se pak také naklání takže vzorek můžeme naklánět kolem dvou na sebe kolmých os. Stolek také umožňuje posuv vzorku podél všech tří os. Aby bylo možné holder vložit bez napuštění tubusu, má stolek předčerpávací komoru.

4.2.4 Projekční systém

Projekční systém je tvořen následujícími částmi:

Objektivová clona může být použita k ořezání paprsku elektronů procházejících pod velkým úhlem.

Objektivová čočka je primárně použita pro fokusování obrazu vzorku, který bude dále zvětšován následujícími čočkami.

Objektivový stigmátor koriguje astigmatismus způsobený objektivovou čočkou.

Projekční deflekční čočka drží obraz podél optické osy a někdy plní specifické obrazové efekty. To vytváří magnetické pole, které se mění s časem a ohýbá dráhu elektronů, tak aby se fosforové tečky osvětlené na stínítku také měnily s časem. Řídí posun obrazu.

Difrakční stigmátor koriguje astigmatismus vznikající difrakční cívkou.

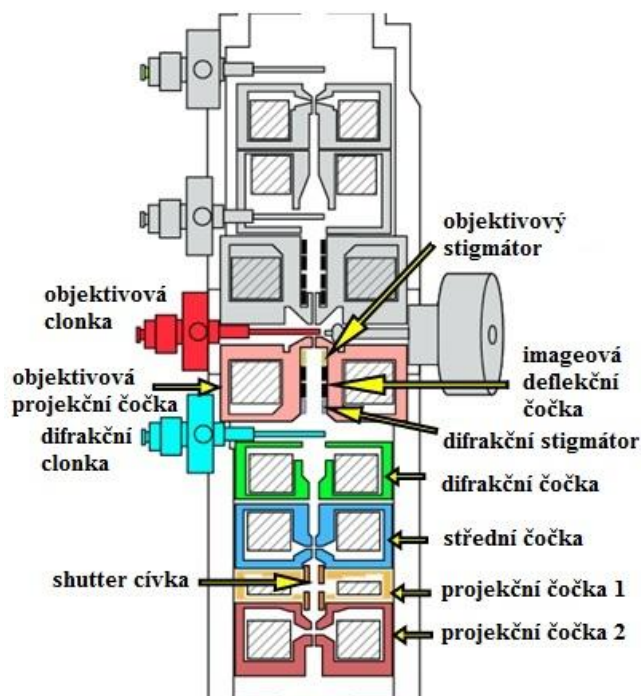
Difrakční clonka může být použita k vymezení oblasti, ze které se získávají difrakční obrazce.

Difrakční čočka poprvé zvětšuje obraz. V difrakčním módu vytváří difrakční obrazce.

Střední čočka zvětšuje obraz vytvořený difrakční cívkou.

Shutter cívka vytváří obraz plate kameře nebo CCD kameře.

První a druhá projekční čočka zvětšují obraz přicházející ze střední čočky a promítají ho na stínítko. [7]



Obr. 9: schématický obrázek projekčního systému

4.2.5 Projekční komora

Projekční komora je připojena k tubusu a je v ní umístěno hlavní popřípadě i malé stínítko. Na hlavní stínítko se díváme skrz olověné sklo nebo CCD kamerou. Malé stínítko sloužící pro fokusování a zobrazování větších detailů pozorujeme binokulárem. Vespodu projekční komory je odjímatelná příruba v případě, že místo ní chceme pod projekční komoru umístit ještě kameru nebo nějaký detektor.

4.3 STEM

STEM využívá transmisního mikroskopu pro analytické účely. Zobrazuje materiálový kontrast vzorku. Funkce optické soustavy se podobá funkci optické soustavy SEM. Paprsek je fokusován do co nejmenšího bodu a v rastrovacím režimu snímá povrch vzorku. Každý jednotlivý bod (pixel) vzorku je snímán HAADF (high angle annular dark field) detektorem, který z jednotlivých bodů skládá celý obraz. Krystal HAADF detektoru snímá prstencové tmavé pole a pak stejným způsobem jako ET detektor u SEMu zpracovává signál na výsledný obraz. Světlé pole prochází dírou v krystalu.

5 Experimentální část

Přesné složení vzorku

Melt-No.		C	Si	Mn	P	S	Cr
		%	%	%	%	%	%
FB 9 –HYS	melt	0.19	0.08	0.09	0.003	0.001	10.9
986990	product	0.18	0.08	0.08	0.002	0.001	11.0

	Mo	Ni	Al	B	Co	N	Nb	V
	%	%	%	%	%	%	%	%
	1.48	0.13	0.013	0.010	5.96	0.023	0.07	0.20
	1.48	0.13	0.007	0.009	6.03	0.017	0.06	0.20

Tab. 1: přesné složení vzorku FB9

5.1 Diagnostika vzorku metodou mikroskopie atomárních sil

Pro diagnostiku vzorku metodou mikroskopie atomárních sil byl využit mikroskop Agilent 5500 SPM umístěný na ústavu elektrotechnologie FEKT VUT v Brně.

Sledovaný vzorek byla fólie připravená z feritické chromové ocelové fólie. Vzorek byl umístěn na karbonovém terčíku a uchycen na laboratorní sklo.

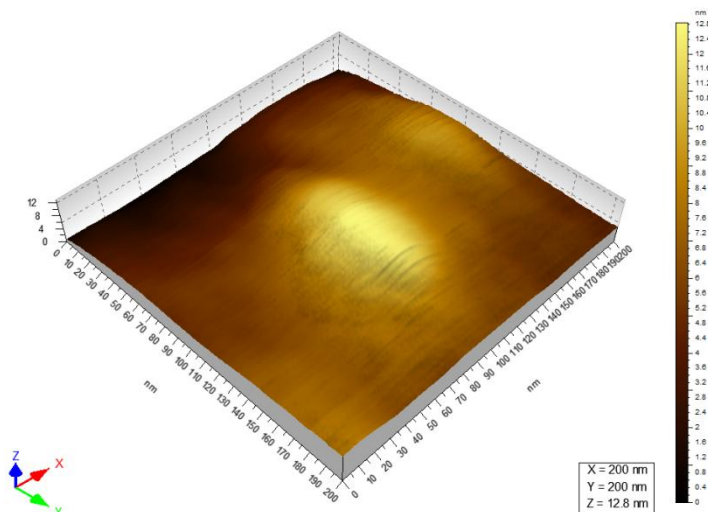
Pozorování povrchu vzorku bylo provedeno bezkontaktní metodou Acoustic AC módem (AAC) a byly použity hroty ze silicon carbidu o rezonanční frekvenci 300 kHz.

Po umístění vzorku do mikroskopu byla nejprve nastavena pracovní frekvence hrotu, velikost amplitudy (3V) a následně byl hrot přiblížen do vzdálenosti několika desítek mikrometrů od vzorku. Pomocí kamery, umístěné nad hrotem, jsme vybrali na vzorku vhodné místo k pozorování, a následně jsme přiblížili hrot na pracovní vzdálenost ke vzorku.

Následovalo skenování vzorku, trvalo asi 20 minut a námi použitým výstupem byla sada tří snímků povrchu. První byl snímáný přímo nosníkem, jehož rozměrová veličina byla kromě rozměrů skenované oblasti také výška jednotlivých útvarů na povrchu udávaná v mikrometrech nebo nanometrech. Z tohoto snímku byl poté vymodelován 3D obraz, u kterého bylo zvětšeno měřítko osy Z kvůli zdůraznění povrchu. U druhého snímku výšku

útvary měřila fotodioda zachytávající paprsek odraženého laseru od povrchu nosníku a je proto udávána ve Voltech. Třetí snímek je fázový posun v kmitání způsoben topografickými změnami a změnami v materiálu vzorku. Tímto způsobem jsme udělali sadu snímků při sedmi zvětšeních.

Skenování začalo na 50 μ m, pak 20 μ m, 10 μ m, 5 μ m, 1 μ m, 500nm, 200 nm. Při tomto zvětšení a rozlišení jsme byli schopni pozorovat ultrastruktury na povrchu, jejichž velikost se pohybovala okolo 80 nm a výška 4 nm.



Obr. 10: 3D model povrchu vzorku v nm metodou AFM při zvětšení 700k

Na ostatních snímcích uvedených v příloze 1 je vidět vždy sada čtyř snímků při stejném zvětšení. Tyto Snímky ukazují již zmíněný povrch v nanometrech, povrch ve voltech, fázový posun ve stupních a 3D model povrchu.

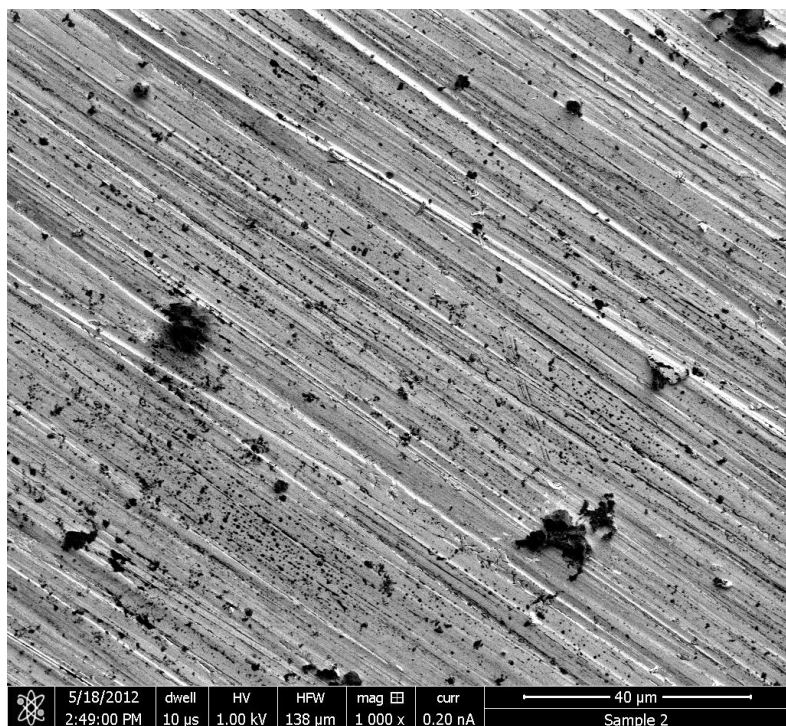
5.2 Diagnostika vzorku metodou rastrovací elektronové mikroskopie

Pro diagnostiku metodou rastrovací elektronové mikroskopie byl použit mikroskop FEI Helios NanoLAB 650 osazen autoemisní katodou. Mikroskop pro měření poskytla firma FEI Czech Republic. Sledovaný vzorek byl stejný jako u metody AFM uchycen karbonovým terčíkem na držák a vložen do komory vzorku, která byla následně zčerpána na potřebné vakuum. Urychlovací napětí jednotlivých snímků bylo 1kV, 15kV a 30kV. Proud primárního svazku 0,2nA. Doba přeběhu jednoho řádku byla 10 μ s a délka 138 μ m a 9,21 μ m dle zvětšení. Pro pozorování vzorku na snímcích Obr.29 až Obr.35 byl použit Scintilační detektor sekundárních elektronů (ETD). Pro pozorování vzorku na snímcích Obr. 36 až Obr. 38 byl použit Through lens detektor. Pracuje stejně jako ETD, ale je umístěn přímo pod čočkou. TLD detektorem jsme zachytávali jak sekundární tak zpětně odražené elektrony. Zvětšení jednotlivých snímků je 1 k krát a 15 k krát

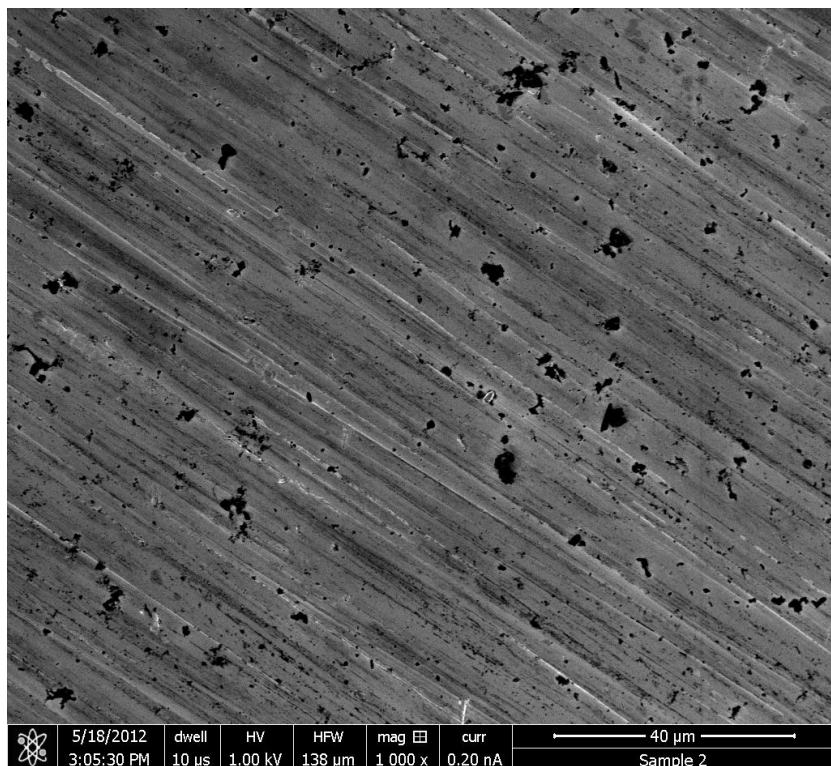
Pořídili jsme řadu snímků ve dvou různých zvětšeních ET detektorem snímajícím sekundární elektrony. Pro porovnání jsme pak přepnuli na ST detektor a snímek pořídili při snímání sekundárních elektronů a při snímání zpětně odražených elektronů.

Na obrázku 14 a 15 je povrch snímáný TE detektorem a povrch snímáný TLD detektorem přičemž oba snímaly, při stejném urychlovacím napětí, sekundární elektrony.

Snímek TL detektorem má větší kontrast než snímek ETD detektorem. Na snímcích v příloze je spíš vidět rozdíl při pořizování snímků urychlovacím napětím 1 kV a 15 kV. Při 1 kV detektor snímá i nečistotu usazenou na povrchu vzorku zatímco při 15 kV už nečistota tolik nevyniká.



Obr. 11: ETD -SE metodou SEM při zvětšení 1k



Obr. 12: TLD -SE metodou SEM při zvětšení 1k

5.3 Diagnostika vzorku metodou transmisní elektronové mikroskopie

Pro diagnostiku metodou transmisní elektronové mikroskopie byl použit mikroskop FEI Tecnai Osiris s akcelerátorem osazeným přímo žhavenou wolframovou katodou a urychlovacím napětím 200kV. Mikroskop rovněž poskytla firma FEI Czech Republic. Snímky byly pořízeny CCD kamerou a HAADF detektorem při zvětšení 35 k krát až 930 k krát. Sledovaný vzorek byla fólie ze stejného materiálu jako u SEM a AFM, která pak byla ještě elektrolyticky leptána pomocí přístroje Tenulop metodou jet-polishing.

Vzorek byl vložen do single tilt holderu a následně zbaven kontaminace čištěním plazmou v plazmacleaneru po dobu 30 sekund.

5.3.1 Metoda TEM

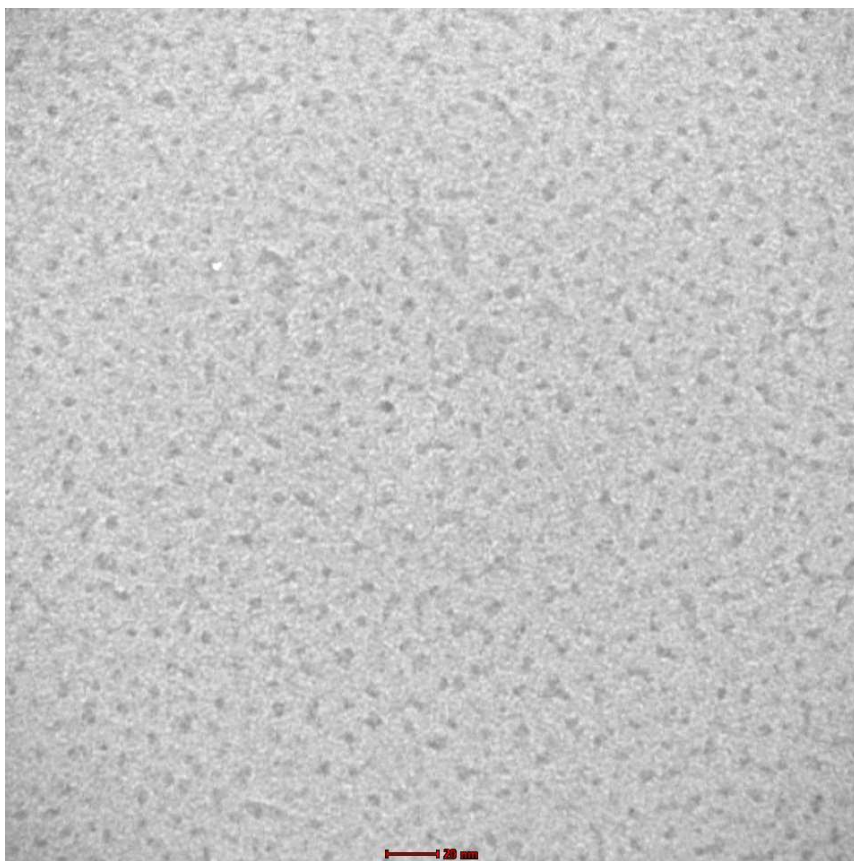
Holder se vzorkem jsem vložil do mikroskopu a přes noc nechal, zachlazený tekutým dusíkem, ustálit. Pořizování snímků v TEM režimu proběhlo od zvětšení 35kx. V průběhu jsem fokusoval vnitřní strukturu jednoho místa na vzorku až na maximální zvětšení 930kx.

5.3.2 Metoda STEM

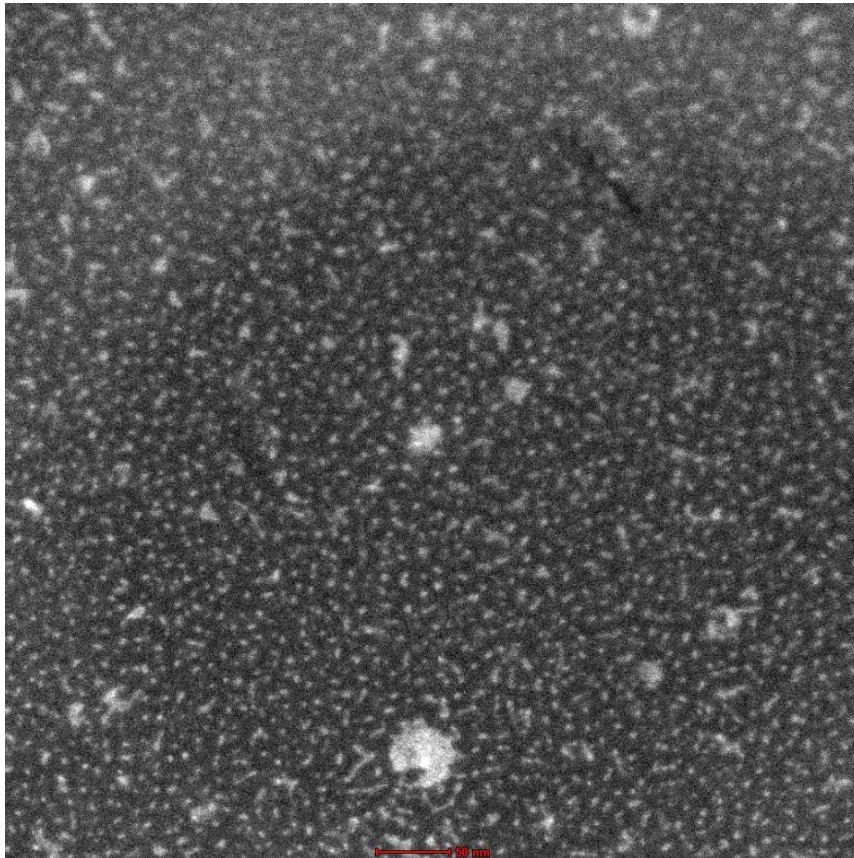
Při pozorování vzorku metodou STEM vznikala na pozorované části vzorku kontaminace, a proto bylo nemožné snímat stejné místo vícekrát.

Na ukázkou uvádím na obrázku 17a 18 snímek metodou TEM a STEM při zvětšení 180k a 160k.

V příloze 3 a 4 jsou dále snímky stejného místa metodou TEM při různých zvětšeních a metodou STEM odlišných míst při různých zvětšeních.



Obr. 13: vnitřní struktura materiálu metodou TEM při zvětšení 180k



Obr. 14: materiálový kontrast metodou STEM při zvětšení 160k

6 Závěr

Mikroskop atomárních sil je limitován velikostí minimálního zvětšení. Velikost maximálního zvětšení může být řádově milióny v dobrém rozlišení při použití kvalitních hrotů.

Výhoda AFM je jeho velké rozlišení u téměř jakéhokoliv vzorku, přesná topografie, možnost profilometrie – změření výšky jednotlivých výstupků a sledování vzorků v libovolném prostředí.

Nevýhodou AFM je pomalost snímání. Sestavení jednoho obrazu trvá řádově minuty. AFM je také omezen i vertikální rozsah (maximální výška vzorku), který bývá typicky desítky mikrometrů. Další nevýhodou je malá životnost hrotů. Problém je i nemožnost zobrazit některé kulové objekty, které se pak na výsledném snímku jeví jako hrbol.

Rastrovací elektronový mikroskop lze využít k diagnostice povrchu nebo materiálového složení vzorků, jejichž velikost je limitována pouze rozměry komory vzorku mikroskopu (desítky cm) a to při zvětšení od jednotek do několika miliónů.

Stejně tak můžeme přepnout do režimu TEM nebo STEM když máme vhodně upravený vzorek.

Výhodou SEM oproti AFM je možnost rychlého pořizování snímků vzorků s 3D efektem díky dobrému kontrastu hran daného vzorku a celkově všestranná Variabilita.

Nevýhoda je omezující rozlišení oproti TEM a AFM.

U transmisního mikroskopu musíme mít vhodně upravený vzorek, zbaven veškeré vlhkosti, pevně zafixován v holderu. Vzorek i holder by měl být zbaven veškerých nečistot kvůli kontaminaci. Minimální zvětšení mikroskopu je sice prakticky několik desítek, ale při tak malém zvětšení není co pozorovat. Transmisní mikroskop je také velice citlivý na okolní vlivy a elektromagnetická záření.

Výhodou je jeho velké rozlišení až 80pm, možnost pozorovat vnitřní strukturu materiálů nebo schopnost rozpoznat dopanty ve struktuře polovodiče.

Nevýhodou jeho velmi vysoká cena a nutnost dobře odstíněného místa od okolních vlivů. Jakékoliv elektromagnetické a akustické vlnění nebo vibrace může narušit stabilitu vysokého napětí a obrazu. Další nevýhoda je složitost přípravy vzorku a jeho následná stabilizace v mikroskopu.

Rozdíl mezi transmisním a rastrovacím mikroskopem je kromě ceny také v rozlišení, které je s ideálním vzorkem u námi použitého SEM 0,8nm a TEM 0,25nm.

Snímky udělané AFM a SEM při přibližně stejném zvětšení jsou porovnatelné. Zatímco u SEM jasně rozeznáme strukturu povrchu a usazené nečistoty, u AFM už to není tak zřejmé. Na snímcích TEM v režimu TEM a STEM vidíme vnitřní strukturu určitého kovu přimíchaného do jiného kovu a jejich materiálový kontrast. U velkého zvětšení AFM jsou vidět určité výstupky a můžeme se jen domnívat, zda se jedná o jiný materiál či ne.

Literatura

- [1] HULINSKÝ, Václav; JUERK, Karel. *Zkoumání látek elektronovým paprskem*. Praha : SNTL, 1982. 396 s.
- [2] REIMER, L. *Scanning Eelctron Microscopy : Physics of Image Formation and Microanalysis*. second edition. Berlin : Springer, 1998. 527 s. ISBN 3-540-63976-4
- [3] STOKES, Debbie. *Principles and Practice of Variable Pressue/Enviromental Scanning Electron Microscopy : VP-ESEM*. Chichester GB : Wiley, 2008. 221 s. ISBN 978-0-470-06540-2.
- [4] MACHALA, Libor, et al. *Mikroskopie skenující sondou*. Olomouc : Univerzita Palackého Olomouc, Dostupné z WWW: <<http://atmilab.upol.cz/mss/>>.
- [5] MORNSTEIN, Vojtěch.VAŠKOVICOVÁ, Naděžda. *MIKROSKOPIE. Přednášky z lékařské biofyziky*: [prezentace PowerPoint]
Dostupný z WWW: <www.med.muni.cz/biofyz/doc/NMgr/mikroskopie.ppt>.
- [6] Scanning Electron Microscope. PURDUE UNIVERSITY RADIOLOGICAL AND ENVIROMENTAL MANAGEMENT. *REM* [online]. 550 Stadium Mall Drive West Lafayette, IN 47907-2051, 09.05.2012 [cit. 2012-05-27]. Dostupné z: <http://www.purdue.edu/rem/rs/sem.htm>
- [7] ALBERTO, Eddie. FEI COMPANY. *Tecnai intro* [document Word]. Hillsboro Oregon, 02.06. 2010.
- [8] PODBRDSKÝ, Josef. FEI CZECH REPUBLI. *Základy elektronové optiky* [prezentace PowePoint]. Brno, 2009.